

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-026768

(43)Date of publication of application : 29.01.1992

(51)Int.Cl.

C23C 18/00
C22C 29/12
G02F 1/1343
G09F 9/30

(21)Application number : 02-131513

(71)Applicant : TOHOKU KAKO KK
SUMITOMO METAL MINING CO LTD

(22)Date of filing : 22.05.1990

(72)Inventor : ORITA KEIICHI
YAMAMOTO OSAMU
YUKINOBU MASAYA

(54) PRODUCTION OF TRANSPARENT ELECTRODE MEMBRANE AND INK FOR FORMING TRANSPARENT ELECTRODE

(57)Abstract:

PURPOSE: To easily produce a transparent electrode membrane capable of being thinned and excellent in membrane forming property by dispersing the grains of indium-tin-oxide in a coupling agent and an org. solvent, applying or printing the obtained pasty ink on a substrate of glass, etc., drying and then calcining the ink.

CONSTITUTION: Ninety-six g of ITO powder is added to a matrix consisting of 81 g of terpineol in which 1 g of silicon coupling agent and 3 g of acetylacetone tin are dissolved and 233 g of DMF and mixed by a homogenizer. The ITO powder is then dispersed by an attriter provided with a zirconia pot while checking the dispersion with a grain gage. The dispersion is vacuum-filtered, purified and transferred to a glass vessel having an agitator and a thermometer. DMF is recovered at 60-80° C and 15mmHg using an oil bath. The obtained ink is screen-printed on a silica-coated glass, placed in a heated drying furnace and dried.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-26768

⑮ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成4年(1992)1月29日

C 23 C 18/00
C 22 C 29/12
G 02 F 1/1343
G 09 F 9/30

3 3 5

6919-4K
8825-4K
9018-2K
8621-5G

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全8頁)

⑬ 発明の名称 透明電極膜の製造方法及び透明電極形成用インキ

⑯ 特 願 平2-131513

⑰ 出 願 平2(1990)5月22日

⑱ 発 明 者 折 田 桂 一 東京都品川区西五反田7丁目9番4号 東北化工株式会社
内
⑲ 発 明 者 山 本 修 愛媛県新居浜市星越町12-7
⑲ 発 明 者 行 延 雅 也 愛媛県新居浜市王子町1-7
⑲ 出 願 人 東北化工株式会社 宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号
⑲ 出 願 人 住友金属鉱山株式会社 東京都港区新橋5丁目11番3号
⑲ 代 理 人 弁理士 菅 野 中

明 細 書

1. 発明の名称

透明電極膜の製造方法及び透明電極形成用インキ

2. 特許請求の範囲

(1) インジウム錫酸化物粒子をカップリング剤および有機溶剤に分散させ、得られたペースト状のインキをガラス等の基板上に塗布あるいは印刷し、乾燥後、焼成工程を行い、前記基板上に透明な電極膜を定着させる透明電極膜の製造方法であって、

インジウム錫酸化物粒子は、錫元素を0.3～15%含有し、平均粒径は0.1 μ m以下、好ましくは0.05 μ m以下、比表面積は8 m²/g以上の超微粒子であり、

焼成工程は、少なくとも300℃以上の温度条件を保たせて大気中、不活性雰囲気中、弱還元性雰囲気中で順次行うものであり、

弱還元性雰囲気中にて行う焼成工程は、酸素分圧を変動させながら粒子間における酸素原子の移動拡散により結晶成長を促進するものであり、基板上に表面抵抗値100 Ω /□以下、全光線透過率70%

以上の透明電極膜を定着させるものであることを特徴とする透明電極膜の製造方法。

(2) インジウム錫酸化物粒子をカップリング剤および有機溶剤に分散させた透明電極形成用インキであって、

インジウム錫酸化物粒子は、錫元素を0.3～15%含有し、平均粒径は0.1 μ m以下、好ましくは0.05 μ m以下、比表面積は8 m²/g以上の超微粒子であり、

カップリング剤は、チタン系、シリコン系、アルミニウム系、ジルコニウム系、ジルコニア-アルミ系カップリング剤から選ばれたものであり、

有機溶剤は、インジウム錫酸化物粒子が良好な親油性を示す含有酸素有機溶剤を含むものであり、

有機溶剤は、インジウム錫酸化物粒子が解膠性を示す有機金属錯体と共に前記有機溶剤を含むマトリックスへ加えられ、

カップリング剤の添加量は、100 g rのインジウム錫酸化物粒子に対し、0.5～10 g r、好ましくは0.5～5 g rであり、

有機金属錯体の添加量は、100 grのインジウム錫酸化物粒子に対し、0.5~50 gr、好ましくは0.5~20 grである透明電極形成用インキ。

(3) 前記有機溶剤は、さらにポリビニルピロリドンを含むものである請求項(2)に記載の透明電極形成用インキ。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、インジウム錫酸化物粒子(以下ITOという)を分散したインキを用いて透明電極を製造する方法及び透明電極形成に用いるインキに関するものである。

〔従来の技術〕

透明電極は、各種ディスプレイデバイス例えば液晶ディスプレイ、タッチパネル、プラズマディスプレイ、ELディスプレイ、蛍光表示管などに広く用いられる。

ところで透明電極を製造する方法としては、従来より、

(1) 蒸着法、スパッタリング法などの物理的方法、

(2) 有機金属錯体によるスプレイ法、

(3) ガラス粉末と導電性金属粉末との混合体を有機溶剤に均一に分散させるペースト法、を用いて製造する方法が知られている。

〔発明が解決しようとする課題〕

ところで、(1)の物理的方法については従来より最も広く使用されて実績のある方法であるが、電極の大面积化に限界があること、ターゲットあるいはペレットの利用率が20~30%と少ないうえに成膜中に、炉壁付着などにより約50%程度のロスを生ずるため、有効利用率は、10~15%に止まり、非常に少ないこと、また、成膜された基板にエッチング法により回路形成をする場合には、基板に付着した大半のITOを除去させてしまうこと、設備費が高価であること、ハンドリングやメンテナンスが煩雑であることなどの欠点があった。

また、(2)のスプレイ法によるときは、基板への塗布及び焼成工程を数度以上繰り返さないと、適当な成膜が得られず、しかも実用上必要とされる表面抵抗値 $1000\Omega/\square$ 以下にすることは難しい。

- 3 -

(3)のペースト法は、セラミックス基板ヘスクリーン印刷したのち焼成し、抵抗体やコンデンサなどの回路素子や回路素子間、あるいは電子回路間の相互接続用導体などに使用されているものである。この方法に用いる導電成分がAu, Pt, Pdなどの貴金属の場合には空气中で焼成され、Cu, Niなどの卑金属の場合には金属の酸化防止のため、不活性雰囲気中で焼成される。

ペースト法によるときは、得られた成膜が透明というよりは半透明であり、全光透過率を70%以上にするには屈折率の大きい誘電体膜でサンドイッチした3層構造にしなければならないなどの欠点があった。

一般に、インキについては、安定した均質な導電性と曇り(ヘイズ)や着色のない透明電極を得るために、ITOの沈降防止策が必要である。通常の μm オーダーの金属系粉末(金属、金属酸化物)、 Bi_2O_3 などの透明誘電体粉末は、有機材料との濡れが悪いので、インキ中では短時間に沈降してしまう。

その沈降防止策として、系に増粘剤をもたせ

- 4 -

る方法と、フィラー表面に高分子物を付着させ、沈降物の凝集力を減少させて再分散性を高める目的のものとの2種類がある。

スクリーン印刷にて塗布する場合には系の粘度及びTI値が重要な管理項目であり、主に超微粉シリカを系に分散させて伸びの良いインキを作製しているが、超微粉シリカの添加は作業性を向上させる反面、導電性を悪くする。

また、ITOを、オレイン酸などの界面活性剤やチタネートなどのカップリング剤で被覆して液相中に分散させたときには、ITOが媒質分子の熱運動に支えられて、凝集や沈降を起こすことなく安定なコロイドを形成するが、スクリーン印刷可能な $200cps/25^\circ C$ 以上の粘潤性液体を作製することはできない。またこのインキを減圧下に加熱攪拌して一部の溶剤を回収することにより $200cps/25^\circ C$ 以上に増粘させた場合には、インキはゲル化し、伸びの良い印刷作業性に優れたインキにならない。形成された安定なITOコロイド溶液中にメチルセルロース、CMCなどの増粘剤を加えると、系はゲ

ル化してしまう。このように通常の方法による材料選択でのアプローチからでは、印刷性に優れた粘度とTI値を有するITO インキを作製することはできない。

本発明の目的は上記問題点を解消し、成膜性に優れた導膜化が可能な透明電極を容易に製造する方法及びこの方法に用いるインキを提供することにある。

〔課題を解決するための手段〕

上記目的を達成するため、本発明による透明電極膜の製造方法においては、インジウム錫酸化物粒子をカップリング剤および有機溶剤に分散させ、得られたペースト状のインキをガラス等の基板上に塗布あるいは印刷し、乾燥後、焼成工程を行い、前記基板上に透明な電極膜を定着させる透明電極膜の製造方法であって、

インジウム錫酸化物粒子は、錫元素を0.3~15%含有し、平均粒径は0.1 μ m以下、好ましくは0.05 μ m以下、比表面積は8 ml/gr以上の超微粒子であり、

焼成工程は、少なくとも300℃以上の温度条件を保たせて大気中、不活性雰囲気中、還元性雰囲気中で順次行うものであり、

還元性雰囲気中にて行う焼成工程は、酸素分圧を変動させながら粒子間における酸素原子の移動拡散により結晶成長を促進するものであり、基板上に表面抵抗値100 Ω /□以下、全光線透過率70%以上の透明電極膜を定着させるものである。

また本発明による透明電極形成用インキにおいては、インジウム錫酸化物粒子をカップリング剤および有機溶剤に分散させた透明電極形成用インキであって、

インジウム錫酸化物粒子は、錫元素を0.3~15%含有し、平均粒径は0.1 μ m以下、好ましくは0.05 μ m以下、比表面積は8 ml/gr以上の超微粒子であり、

カップリング剤は、チタン系、シリコン系、アルミニウム系、ジルコニウム系、ジルコニア-アルミ系カップリング剤から選ばれたものであり、有機溶剤は、インジウム錫酸化物粒子が良好な

- 7 -

親和性を示す含有酸素有機溶剤を含むものであり、

有機溶剤は、インジウム錫酸化物粒子が溶解性を示す有機金属錯体と共に前記有機溶剤を含むマトリックスへ加えられ、

カップリング剤の添加量は、1000grのインジウム錫酸化物粒子に対し、0.5~10gr、好ましくは0.5~5grであり、

有機金属錯体の添加量は、100grのインジウム錫酸化物粒子に対し、0.5~50gr、好ましくは0.5~20grであり、また前記有機溶剤は、さらにポリビニルピロリドンを含むものである。

〔作用〕

本発明方法によれば、スクリーン印刷法を採用して成膜でき、したがって、エッチング工程を経ることなく直接的に電極回路を形成することが可能であり、成膜特性は、表面抵抗値100 Ω /□以下、全光線透過率70%以上である。

本発明に用いるITOは、平均粒径が0.1 μ m以下(比表面積8 ml/gr以上)、好ましくは0.05 μ m以下(比表面積17 ml/gr以上)である。このITOにカップ

- 8 -

リング剤を添加する。

カップリング剤には、チタニウム系、シリコン系、アルミニウム系、ジルコニウム系、ジルコニア-アルミ系のものを使用できる。一般にカップリング剤の添加量は、 $\frac{\text{有機材料の質量} \times \text{比表面積}}{\text{カップリング剤の最小被覆面積}}$ で示され、カップリング剤の最小被覆面積は300~500 ml/grである。従って、本発明に用いるITOについては2~10部の添加量が予見され、平均粒径が小さくなる程多量の添加が必要であると考えられるが、実際には平均粒径0.1 μ m以下の超微粒子になると0.5部のごとき少量の添加でも、粒子の沈降を防止できる。またITOの粒子が細かいほど基板と粒子との密着力が強く、有機溶剤を乾燥・昇温した後の塗工膜は、指で強く擦れない限り剥離しない。シリカコーティングしたガラス基板上での乾燥膜特性は概ね次のとおりであった。

膜厚	1 μ m
表面抵抗値	50,000 Ω /□
全光線透過率	90%

本発明においては、大気中焼成、不活性雰囲気

焼成及び不活性ガス中に微量の還元性ガス、例えば水素、アンモニア、一酸化炭素、アルコール類などを混入した還元雰囲気焼成を行う。

即ち、酸素分圧を変動させながら300℃以上で焼成することにより、酸素原子の特に境界における移動拡散の促進による結晶成長を利用することによって粒子間の結合が強固になり、表面が平滑になることから、膜強度と基板への密着力の向上、導電性の向上、光透過性の向上が実現される。

シリカコーティングガラス基板上の乾燥膜を480℃において前述の焼成処理を行った結果は次のとおりであった。

膜 厚	1 μm
表面抵抗値	15~30 Ω/□
全光線透過率	86~92%
ピーリングテスト	100/100(密着力)

他の方法、例えばアセチルアセトンインジウムとアセチルアセトン錫をアルコールなどの有機溶剤に溶解した塗工液を基板上に塗布、焼成した場合、塗膜が1 μmないしはそれ以上の厚膜にな

ると、アセチルアセトン基の熱分解揮発に伴う亀裂を生じるなどの不都合を生じるが、本発明に使用したITOは微粒子なので分解減量が殆どなく、透過型電極法で調べたところ、亀裂も微小ボイドも認められなかった。

焼成温度については300℃以上、望ましくは350℃ないしそれ以上の温度で熱処理する必要がある。検討結果の詳細については以下の実施例1に示すが、この条件で処理された塗膜の表面抵抗値は100 Ω/□以下であり、経時変化も殆ど認められなかった。

本発明における構成上の重要なポイントの1つは、ITOが含窒素有機溶剤であるNメチルピロリドン(NMP)又はジメチルホルムアミド(DMF)に良好な親和性を示すことの見解であり、もう1つの重要なポイントは、有機インジウム錯体及び有機錫錯体がインキの系中においてITOに対し溶解性を示すことの見解に基づく。一般には有機溶剤中にITOのみを分散させた場合には極めて短時間に粒子の沈降が起こるが、含窒素有機溶剤の場合、

- 11 -

粒子沈降が認められるまで数日間を要する。また、含窒素有機溶剤中に上記有機金属錯体を添加したマトリクスへITOを分散させた場合には、減圧下で加熱攪拌により溶剤を回収しても、残液はゲル化せず、増粘した伸びの良いインキが得られる。

本発明においては、一般にペースト化剤として使われている高沸点ではあるが揮発性で高粘性のタービネオイルなどをベースに、含窒素有機溶剤、カップリング剤、有機金属錯体を加えたマトリクス中へITOを分散し、後に減圧下に適量の溶剤を回収することによって、ITOの沈降のない、適度な粘度を有した伸びの良い、スクリーン印刷性に優れたインキを調製した。また、NMPの同族体であるポリビニルピロリドン(PVP)は、NMPと同様にITOに対して良好な親和性を示す。

即ち、白色粉末のPVP(分子量20,000~80,000)を多量のNMPで溶解したマトリクスへITOを分散させ、後に減圧下に適量のNMPを回収して調製したインキは、粒子沈降を認めるまでに数日間を要した。

- 13 -

- 12 -

PVPの添加は常温域で系の粘度を自在に調整できる効果を与え、100℃までの加熱には安定であるが、それ以上の加熱では不安定である。しかし、焼成により容易に系外に取り除くことができるので、本発明においては極めて好適な材料である。

含窒素有機溶剤で溶解したPVP溶液中にカップリング剤(0.5~10部、好ましくは0.5~5部)と、有機金属錯体(0.5~50部、好ましくは0.5~20部)を加えたマトリクスへITO(100部)を分散し、後に減圧下に適量の溶剤を回収することによって、ITOの沈降のない、適度な粘度を有した伸びの良い、スクリーン印刷性に優れたインキが得られる。添加物が規定の範囲を越えるときには、インキの特性が低下して良好な透明電極が得られない。

以下の実施例において、ITOの粉末の比表面積は、米国カウンタークローム社製のQuantasorb QS-10で測定した。また塗膜の全光線透過率、値は、スガ試験機株式会社製の直読ヘイズコンピュータ-HCM-ZDPで測定し、表面抵抗値は、三菱油化製のローレスタAP MCP-T400で測定した。

- 14 -

〔実施例〕

以下に実施例を示す。

〔実施例 1〕

錫を含むインジウム硝酸塩にアルカリ中和（加水分解）法による処理を施してITOを合成した。

測定試料の作製方法は次のとおりである。

錫の含有量を粗々変化したITO粉末を各粗準値し、各々のITO粉末98g（比表面積28m²/gr、平均粒径0.03μm）を、シリコンカップリング剤（東レシリコン製#6030）1gr及びアセチルアセトン錫3grを溶解したタービネオイル81gr、DMF233grで構成されるマトリクスへ加え、ホモミキサー（特殊酸化器）で15min混合した。次いでジルコニア製ボットを装備したアトライター（三井三池化学製）で、粒ゲージにより分散状態をチェックしながら8hrs分散した。分散液を目開き1μmの濾紙により減圧ろ過精製した後、攪拌機、温度計を付したガラス容器に移し、オイルバスを用い60～80℃×15min HgにおいてDMF回収した。得られたインキは固形分52%、粘度540cps/25℃であった。

印刷塗膜の作製方法は次のとおりである。

線径10μm、目開き300meshの版を用い、一般にLCD基板として使用されるシリカコーティングガラスに10cm×10cmの平面をスクリーン印刷した。印刷物を熱乾燥炉に入れ、常温から昇温して205℃×60min乾燥した。乾燥塗膜は指で強く擦らない限り剥離しない程度の強さで基板に固着していた。

焼成塗膜の作成方法は次のとおりである。

雰囲気制御可能な無酸化雰囲気焼成炉に乾燥塗膜を入れ、大気中で徐々に昇温し480℃に達したら60min保持する。

次いで窒素雰囲気中に切り換え30min焼成する。続いて水素ガスの分圧が0.001気圧になるように水素ガスを混入しながら60min焼成を継続した。そのまま同雰囲気中で放冷し、100℃以下で炉より取り出した。かくして得られた塗膜特性について、ITOのSn⁴⁺ドーピング量と表面抵抗値との関係を第1図に示す。

図に明らかなとおり、電極膜の表面抵抗値はIT

- 15 -

0のSnドーピング量によって変化し、実施例ではSnドーピング量が12%以下の範囲内で100Ω/□以下の表面抵抗が得られる。

〔実施例 2〕

比表面積28m²/gr、平均粒径0.03μm、Sn⁴⁺ドーピング量3%のITOを用い、実施例1と同様の方法によって得たインキを、版目開き220mesh及び180meshの版を用いてスクリーン印刷し、焼成塗膜厚を1μm～3μmに形成したときの特性評価結果を第2図、第3図に示す。

図により、焼成膜厚1～3μmの範囲で、表面抵抗はほぼ5～15Ω/□、全光線透過率は75～90%、色価は、2～10%の値が得られた。

〔実施例 3〕

焼成温度を変動（300、350、400、480℃、600℃及び700℃）要因とした以外は、実施例2と全く同様の方法で行った。焼成塗膜厚1μmに関する特性評価結果を第4図、第5図に示す。図に示すように表面抵抗値は、焼成温度が高くなると低下し、また、その変動が少ないことが分かった。煩瑣を

- 16 -

避けるため、第5図には600℃及び700℃焼成塗膜の記憶を省略したが表面抵抗値の経時変化は、400℃、480℃と同様に殆ど変化は認められなかった。

〔実施例 4〕

比表面積28m²/gr、平均粒径0.03μm、Sn⁴⁺ドーピング量3%のITO粉84grを、シランカップリング剤（東レシリコン#6030）1gr、アセチルアセトン錫1gr、PVP粉14grを溶解したDMF260gr、NMP40grで構成されるマトリクスへ加え、実施例1と同様の方法でインキを作製した。減圧溶剤回収工程で200grのDMFを系外に溜去したので、このインキの固形分は50%、粘度は1,200cps/250℃であった。このインキを用い、実施例1と同様の処理により得た焼成塗膜の特性は次のとおりである。塗膜特性は実施例1～3とほぼ同様の結果を示した。

膜厚	1μm
表面抵抗値	18Ω/□
全光線透過率	91%
色価	2%

尚、本実施例に使用した測定試料を8区画化し、

- 17 -

—455—

- 18 -

各々の区画の表面抵抗値を測定したが、区画間で殆ど有意差は認められなかった。またCVD法により粒子径を変化させたITOを作り、実施例1と同様の方法で得た乾燥塗膜の基板への密着力を比較したところ、比表面積 $8 \text{ m}^2/\text{gr}$ 以下、平均粒径 $0.1 \mu\text{m}$ 以上の場合は指で強く擦ると剥離が起こり、光に透かしてみると微小ボイドが生成しているという不都合が認められた。比表面積 $8 \text{ m}^2/\text{gr}$ 以上であれば、この不都合は生じなかった。

【発明の効果】

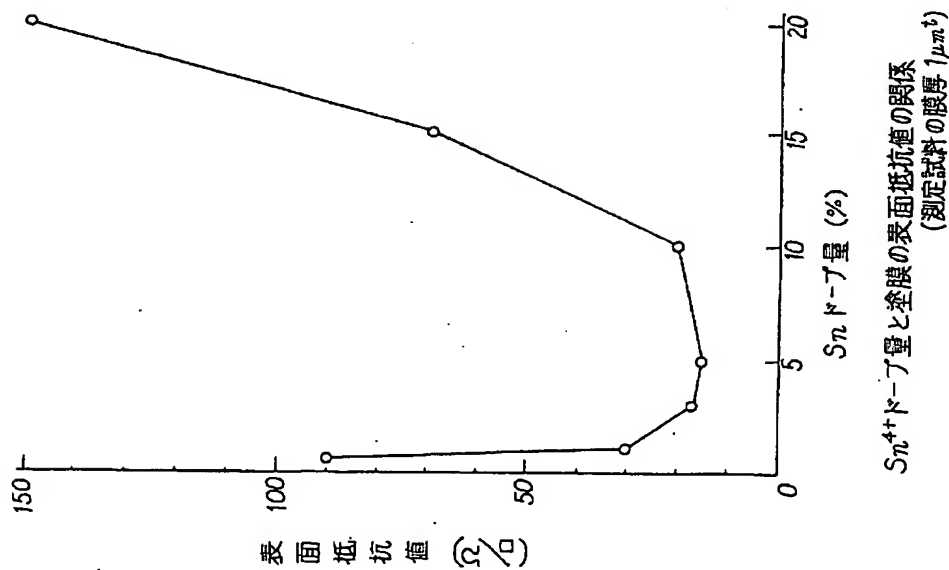
以上のように、本発明方法により、ITOの超微粒子を用い、これを有機溶剤へ分散して得られたインキを基板上に塗布した後、大気中、不活性雰囲気中さらには減圧下での弱還元性雰囲気中で焼成処理を行うことにより、ITOの粒子の緻密化、表面平滑化を生起し、基板上に低抵抗、高透明の電極膜が得られ、電極膜には有機溶剤などのマトリクス形成要素以外の揮発損失が殆ど含まれていないため、膜厚が $1 \mu\text{m}$ 以上であっても亀裂などの不都合が生ぜず、表面抵抗率 $100 \Omega/\square$ 以下、全

光線透過率70%以上の透明電極を容易に得ることができる。

また本発明においては、ITOの超微粒子を分散させるカップリング剤の配合、含窒素有機溶剤の選定、また、ITOが導電性を示す有機金属錯体の併用によってインキの粒子沈降及びゲル化を防止して伸びの良い印刷適性に優れたインキが得られ、さらにポリビニルピロリドンの添加によってインキの特性を、より改善できる効果を有する。

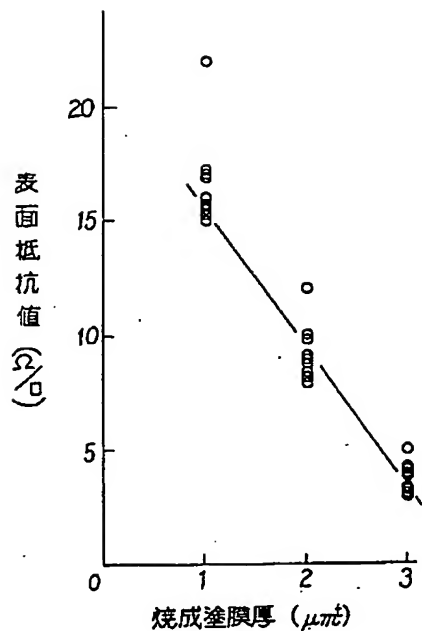
4. 図面の簡単な説明

第1図は実施例1における Sn^{4+} ドーパ量と塗膜の表面抵抗値との関係を示す図、第2図、第3図は実施例2の特性評価を示すもので、第2図は焼成塗膜厚と表面抵抗値との関係を示す図、第3図は焼成塗膜厚と全光線透過率及び曇価との関係を示す図、第4図、第5図は実施例3の特性評価結果を示すもので、第4図は、焼成温度と表面抵抗値との関係を示す図、第5図は焼成経過時間と表面抵抗値との関係を示す図である。

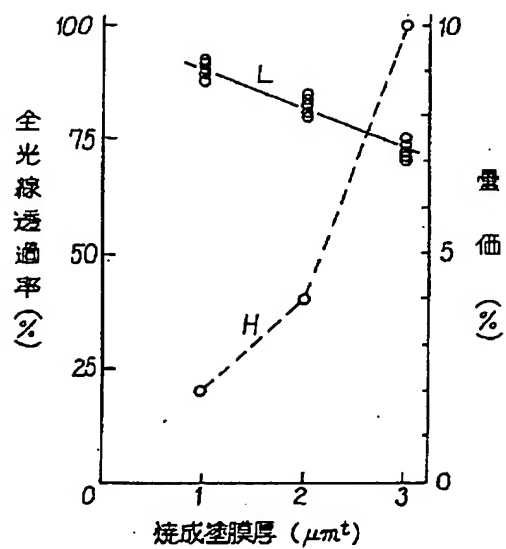


第1図

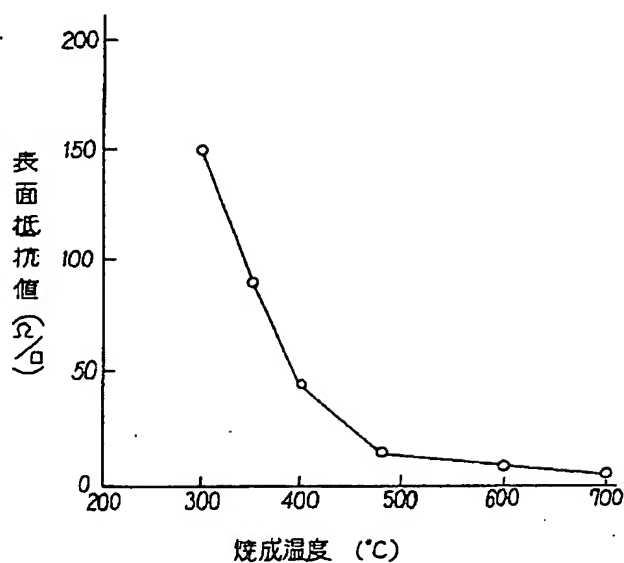
Sn^{4+} ドーパ量と塗膜の表面抵抗値の関係
(測定試料の膜厚 $1 \mu\text{m}$)



膜厚と表面抵抗値の関係
第 2 図

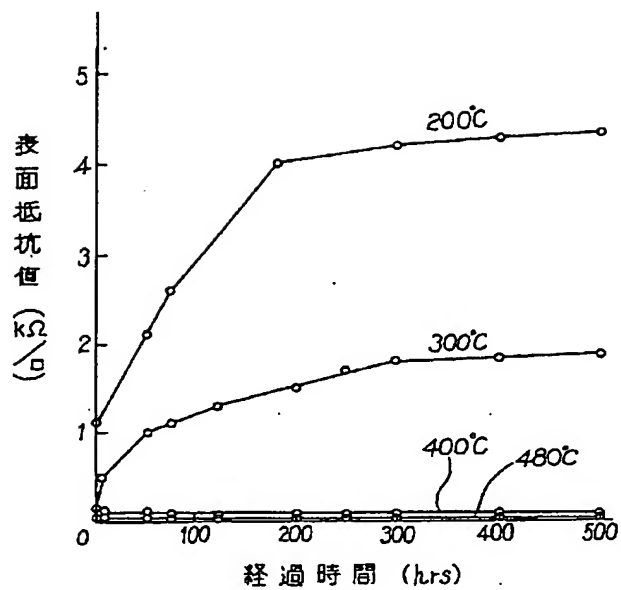


膜厚と全光線透過率(L)
及び曇価(H)との関係
第 3 図



焼成温度と塗膜表面抵抗値の関係
(膜厚 $1\mu\text{mt}$)

第 4 図



焼成塗膜の経時変化
第 5 図

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第4区分

【発行日】平成10年(1998)9月8日

【公開番号】特開平4-26768

【公開日】平成4年(1992)1月29日

【年通号数】公開特許公報4-268

【出願番号】特願平2-131513

【国際特許分類第6版】

C23C 18/00

C22C 29/12

G02F 1/1343

G09F 9/30 335

【FI】

C23C 18/00

C22C 29/12

G02F 1/1343

G09F 9/30 335

予備補正書

平成 8 年 12 月 28 日



特許庁長官殿

1. 事件の表示

特願平2-131513号

2. 発明の名称

透明電極膜の製造方法及び透明電極形成用インキ

3. 補正をする者

事件との関係

出 願 人

東北化工株式会社

佐友会風城山株式会社

4. 代 理 人

〒101 電話 03 (3253) 0041

東京都千代田区神田佐久間町1丁目8番地

アルテール秋葉原3階

(7530) 芹理士 菅 野 中

5. 補正命令の日付

(自 発)

6. 補正の概要

(1) 明細書の発明の概要な説明の欄

(2) 図面 第1図、第2図、第4図、第5図

7. 補正の内容

(1) 明細書第9頁5行の「添加量は、1000grの」を、

「添加量は、100grの」に訂正する。

(2) 図面10頁19行の「表面抵抗値50,0000Ω/□」を、

「表面抵抗値50,0000×4.5Ω/□」に訂正する。

(3) 同第10頁20行の「本発明においては、」の前に、

「表面抵抗値は、エタ酸化(特)のローレスタAPMCP-T400にて測定した値である。この測定値は、円板計(ピン間隔0.5cm)を用いてRCF(

抵抗率補正係数)測定又はNO RCF測定を行うものであり、RCF測定値は、表面抵抗率(値) $\rho_s(\Omega/\square)$ であり、 $\rho_s = \frac{V}{I} \cdot \frac{\pi}{4 \cdot L} \cdot F_s$ で表される。 V/I は測定抵抗値、 $\frac{\pi}{4 \cdot L} \cdot F_s$ は抵抗率補正係数である。試料の大きさが実施例1に示すような10cm×10cmの場合には $F_s=1$ となり、 $F_s \cdot \frac{\pi}{4 \cdot L} = 4.5$ となる。以下同じ。」を挿入する。

(4) 同第11頁14行の「表面抵抗値15~30Ω/□」を、

「表面抵抗値15×4.5~30×4.5Ω/□」に訂正する。

(5) 同第17頁11~12行の「表面抵抗はほぼ4~15Ω/□」を、

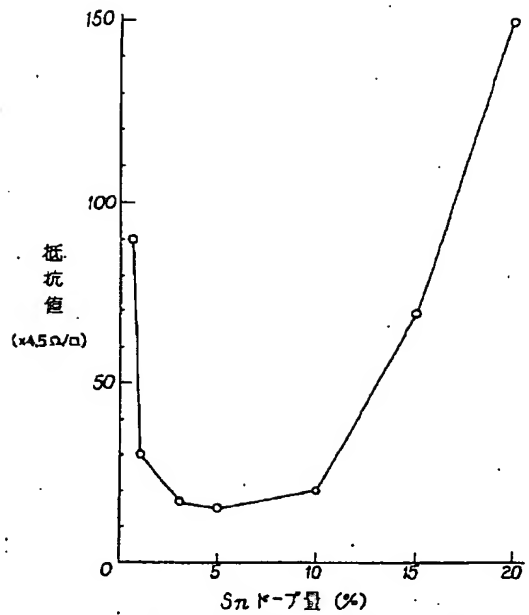
「表面抵抗値はほぼ5×4.5~15×4.5Ω/□」に訂正する。

(6) 同第18頁17行の「表面抵抗率18Ω/□」を、

「表面抵抗率18×4.5Ω/□」に訂正する。

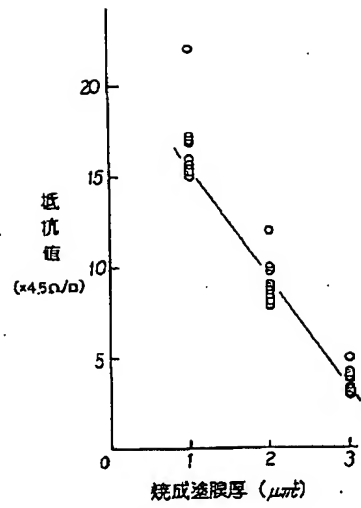
(7) 第1図、第2図、第4図、第5図を別紙のとおり補正する。



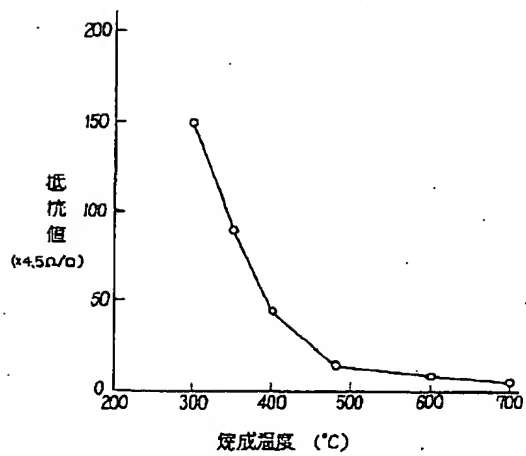


Sn⁴⁺ドープ量と塗膜の表面抵抗値の関係
(測定試料の膜厚 $1 \mu m^t$)

第 1 図

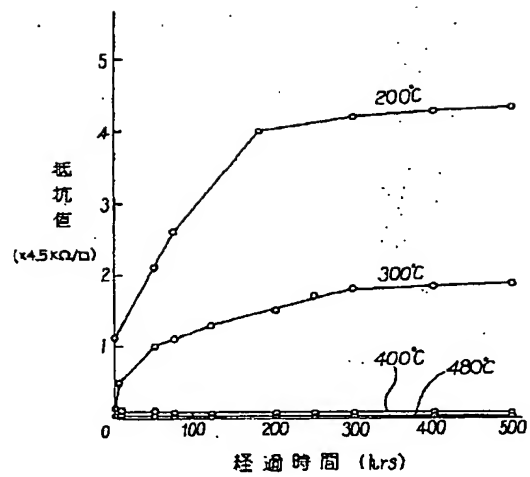


膜厚と表面抵抗値の関係
第 2 図



焼成温度と塗膜表面抵抗値の関係
(膜厚 $1 \mu m^t$)

第 4 図



焼成塗膜の経時変化
第 5 図